

气相色谱法简介及异常问题处理

Introduction to Gas Chromatography and Treatment of Abnormal Problems

孙明

Ming Sun

滨化集团股份有限公司 中国·山东 滨州 256600

Befar Group Co., Ltd., Binzhou, Shandong, 256600, China

摘要: 论文介绍了气相色谱的原理、构造等,并结合日常分析中遇到的问题浅谈气相色谱异常情况处理。

Abstract: In this paper, the principle and structure of gas chromatography are introduced, and the abnormal treatment of gas chromatography is discussed according to the problems encountered in daily analysis.

关键词: 气相色谱; 分析; 异常问题

Keywords: gas chromatography; analysis; abnormal problems

DOI: 10.12346/etr.v3i2.3483

1 引言

气相色谱法(gas chromatography, 简称GC)是20世纪50年代出现的一项重大科学技术成就。这是一种新的分离、分析技术,它在工业、农业、国防、建设、科学研究中都得到了广泛应用^[1]。气相色谱可分为气固色谱和气液色谱。气相色谱的发展与两个方面的发展是密不可分的:一是气相色谱分离技术的发展,二是其他学科和技术的发展。

气相色谱法是指用气体作为流动相的色谱法。由于样品在气相中传递速度快,因此样品组分在流动相和固定相之间可以瞬间达到平衡。另外加上可选作固定相的物质很多,因此气相色谱法是一个分析速度快和分离效率高的分离分析方法。近年来采用高灵敏选择性检测器,使得它又具有分析灵敏度高、应用范围广等优点。

2 气相色谱原理

当多组分的混合样品由载气携带进入色谱柱后,由于固定相对每个组分的吸附力不同,各组分在色谱柱中的运行速度也就不同。吸附力弱的组分容易被解吸下来,最先离开色谱柱进入检测器,而吸附力最强的组分最不容易被解吸下来,因此最后离开色谱柱。如此,各组分得以在色谱柱中被

此分离,先后进入检测器中被检测、记录下来^[2]。

3 气相色谱仪的组成

一台气相色谱仪包括以下五大系统:载气系统、进样系统、分离系统、检测系统和数据处理系统,其样品分析流程图如图1所示。组分能否分开,关键在于色谱柱;分离后组分能否鉴定出来则在于检测器,所以分离系统和检测系统是仪器的核心。



图1 气相色谱样品分析流程简图

3.1 载气系统

气相色谱载气的作用是携带样品从进样口流经色谱柱,到达检测器。作为气相色谱载气的气体,要求其化学稳定性好、纯度高、价格便宜并易取得、能适合于所用的检测器。常用的载气有氢气、氮气、氩气、氦气、二氧化碳气等等。其中氢气和氮气价格便宜、性质良好,是用作载气的良好气体。

选择气体纯度时,主要取决于:①分析对象;②色谱柱

【作者简介】孙明(1984-),男,硕士,工程师,毕业于贵州师范大学分析化学专业,现担任滨化集团股份有限公司分析中心化工分析经理,从事化工分析车间管理及技术工作与研究。

中填充物；③检测器。建议在满足分析要求的前提下，尽可能选用纯度较高的气体。这样不但会提高（保持）仪器的灵敏度，而且会延长色谱柱及整机仪器（气路控制部件、气体过滤器）的寿命。如果选用纯度不够的载气，有可能会造成样品峰失真或者消失、色谱柱失效、有时某些气体杂质和固定液相互作用而产生假峰，影响柱保留特性和检测器灵敏度等。

3.2 进样系统

进样系统一般有微量进样针进样、进样阀进样、顶空进样器进样等几种进样方式，进样系统的作用是将样品全部转化成气态并与载气充分混合，从而将样品带入色谱柱。

3.3 分离系统

样品的分离是在色谱柱中进行的。首先我们要对需要分析的样品选择适合的色谱柱，如分析氧气和氮气，可选用5A分子筛不锈钢填充柱；分析有机物最好选择分离效果较好的石英毛细管柱等。当样品流经色谱柱时，样品中的各组分由于与色谱柱中固定相的吸附和解析速度不同而逐渐分离，最后分别以不同的时间流出色谱柱，进入检测器。图2

为柱箱中安装的石英毛细管色谱柱。

3.4 检测系统和数据处理系统

气相色谱检测器有二三十种，但是我们平时常用的只有以下几种：热导池检测器（TCD）、氢火焰离子化检测器（FID）、电子俘获检测器（ECD）、火焰光度检测器（FPD）、热离子检测器（TID）又称氮磷检测器（NPD）、光离子化检测器（PID）。而我们最常用的便是TCD和FID。检测器将流出色谱柱的样品量转变成电信号，通过数据处理系统反映出来，便是我们所见的色谱图。图3为典型色谱图实例。

4 异常情况处理

气相色谱仪由于结构复杂、条件设置多、恢复准备时间长等原因，在使用过程中经常会出现各种异常情况。如果不针对病因进行维护，会导致严重的后果。下面就介绍一下气相色谱仪在应用中易发生的异常情况及其维护^[3]。

4.1 进样后不出色谱峰

气相色谱仪在进样后检测信号无变化，不出峰，输出信

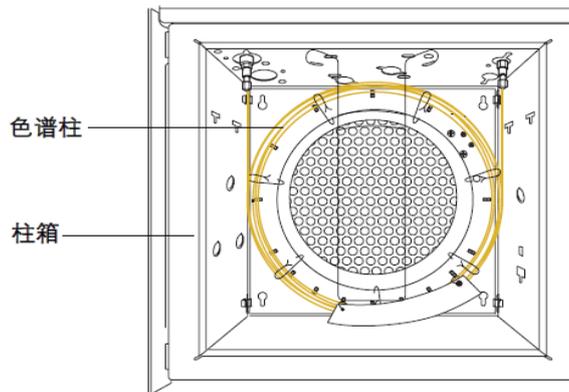


图2 柱箱中安装的石英毛细管色谱柱

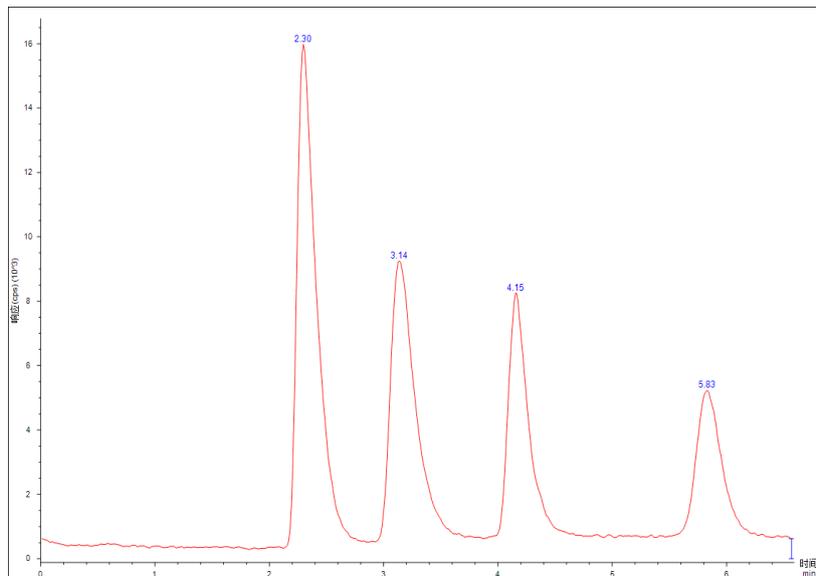


图3 典型色谱图实例

(下转第116页)

们还可以采用多级余热回收技术,也就是我们在辐射管后烟气总管上安装两个换热器。一个是空气换热器,另一个是冷却水换热器。空气换热器的主要作用就是能够将通往水淬烘干的干燥风进行加热。而冷却水换热器的主要作用就是能够将清洗段热水刷洗和漂洗的脱盐水进行加热^[1]。通过这两种方法可以取代原来的加热方式,也就是蒸汽加热,从而能够达到回收余热的作用。通过多级余热回收技术,我们可以将排烟温度降到200℃左右,然后再进入排烟风机当中,此项技术也能在很大程度上节约机组蒸汽的耗量。

3.4 锌花控制系统

一般来说,我们在进行热镀锌工艺的时候,往往会在镀层表面上形成许多的锌花,而形成这些锌花的原因主要是和镀后冷却能力、镀液成分以及基板这些因素有关系。以往的产品对于锌花的形成并不能够很好地控制,在经过仔细地研究和实验之后,设计出了新的锌花控制系统,它采用的空气喷射冷却能够使喷箱气流均匀化,从而确保带钢表面锌花的均匀性。这套系统主要就是通过空气冷却装置的安装来对

锌花的产生进行有效的控制,并且也能够提高机组小锌花产品的锌花等级。

4 结语

总而言之,随着新技术在冷轧带钢连续退火炉上的进一步应用和改进,再经过长时间的研究和观察发现,相关的机组运行状况良好,没有或者很少再出现辐射管损坏的情况,机组蒸汽耗量及产品质量也得到了提高,从而使冷轧带钢连续退火炉在技术的发展道路上得到进一步的提升有效应用。

参考文献

- [1] 严云福.冷轧薄板热镀锌线连续退火炉的发展[J].安徽冶金,2003(3):20-22+57.
- [2] 杨枕,任伟超,李洋龙,等.连续退火炉二级管温模型优化[J].冶金自动化,2018,42(4):40-44.
- [3] 周恒龙,王智增,徐杨.连续退火炉炉内露点温度高故障分析与控制[J].金属世界,2017(2):46-49.

(上接第113页)

号为直线。遇到这种情况时,应按从样品进样针、进样口到检测器的顺序逐一检查。

首先检查微量进样针是否堵塞,若无问题,进一步检查进样隔垫是否漏气,进样口和检测器的石墨垫圈是否紧固、漏气,然后检查色谱柱是否有断裂漏气情况,最后观察检测器出口是否畅通。

若气路无问题,应检查检测器是否运行正常,如氢火焰离子化检测器是否点火正常、热导池检测器电流是否正常及热丝是否烧断等。

4.2 基线问题

基线的波动、漂移可使测量误差增大,会导致仪器无法正常使用。首先应先检查仪器条件和钢瓶是否改变,如载气纯度不够会导致基线逐渐上升,并伴有基线强烈抖动。下一步检查进样垫、石英棉、衬管,衬管的清洗时须先用试验最后定容的溶剂充分浸泡,再用超声波清洗几分钟,然后放入高温炉中加热到比工作温度略高的温度,再重新安装。最后检查检测器,检测器污染可通过清洗或热清洗的方法来处理。

4.3 峰丢失、假峰

出现假峰和峰丢失的原因主要是气路污染或漏气,气路污染会造成色谱柱柱效下降。可通过空运行、清洗气路和老化色谱柱解决。在操作分析中要注意以下几点:分析样品应当清洁、减少高沸点的油类物质的使用、使用尽量高的进样口温度、柱温和检测器温度等。

漏气需用肥皂水定期检查气路管线和各个连接口,在平时的的工作中应当记录基线运行情况,以便在维护时作参考。

4.4 噪音较大

产生噪音较大的常见因素主要有:毛细管色谱柱末端插入检测器过深、燃气流速或者燃气选择不当、色谱柱或进样口被污染、检测器或电路发生故障等。

建议采取的控制措施主要有:重新调整色谱柱安装位置、调节助燃比、清洁进样口或更换衬管、溶剂清洗污染色谱柱、更换新色谱柱等措施,可有效控制基线噪声。

5 结语

气相色谱仪在进行操作中出现的故障点较多,查找原因也较繁琐,恢复周期也较长。因此要求操作者对仪器要做到“三懂四会”,又要掌握色谱仪一般问题故障的解决思路。在工作中做好仪器的维护保养、不断总结和积累经验,使仪器处于良好的稳定运行状态。

参考文献

- [1] 刘红霞,蒋会芹.气相色谱技术在化工分析中的应用[J].环球市场,2020(23).
- [2] 魏万壮.安捷伦GC7890A型气相色谱仪常见故障浅析[J].仪器仪表与分析监测,2021(1).
- [3] 朱之鹏.GC-2014C气相色谱仪的常见故障与处理方法[J].工业,2015(8).